

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : 2 725 552  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : 94 11903

⑤1 Int Cl<sup>e</sup> : G 21 F 9/06, 9/12, B 01 D 15/00, B 01 J 20/10

①2 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 05.10.94.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 12.04.96 Bulletin 96/15.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : COMMISSARIAT A L ENERGIE  
ATOMIQUE ETABLISSEMENT DE CARACT SCIENT TECH  
ET INDUST — FR.

⑦2 Inventeur(s) : GUILARD ROGER, CHOLLET HERVE,  
GUIBERTEAU PHILIPPE et GUERIN MICHEL.

⑦3 Titulaire(s) :

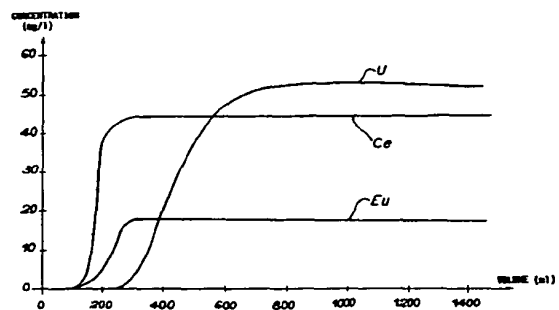
⑦4 Mandataire : BREVATOME.

⑤4 PROCÉDE DE DECONTAMINATION PARTIELLE ALPHA D'UN EFFLUENT AQUEUX.

⑤7 L'invention concerne un procédé de décontamination  
partielle  $\alpha$  d'un effluent aqueux contenant au moins un élé-  
ment polluant choisi parmi le cuivre, le zinc, le tantale, l'or,  
les actinides ou les lanthanides.

Plus précisément, ce procédé consiste à mettre en  
contact ledit effluent aqueux avec un gel de silice et à sé-  
parer ledit effluent contaminé et le gel de silice ayant fixé  
au moins l'un desdits éléments polluants; l'effluent à traiter  
ayant un pH supérieur ou égal à 3.

Ce procédé s'applique notamment au traitement des ef-  
fluents issus d'installations de retraitement de combustible  
irradié et d'effluents technologiques de centres nucléaires.



PROCEDE DE DECONTAMINATION PARTIELLE  $\alpha$   
D'UN EFFLUENT AQUEUX

## DESCRIPTION

5

La présente invention concerne un procédé de décontamination utilisant un gel de silice pour traiter un effluent aqueux contaminé  $\alpha$  et récupérer des éléments polluants présents dans ledit effluent. Ce procédé permet ainsi de récupérer des éléments de la famille des actinides ou des lanthanides, voire d'autres métaux lourds, tels que le cuivre, le zinc, le tantale ou l'or.

Actuellement, les effluents des usines de retraitement de combustibles nucléaires irradiés et les effluents technologiques de centres nucléaires sont traités dans une tour d'évaporation industrielle, c'est-à-dire une colonne à plateaux dans laquelle on réalise une distillation sous pression réduite. Une telle technique a permis d'appauvrir des effluents à faible contamination  $\alpha$ , c'est-à-dire par exemple pour le centre du CEA (Commissariat à l'Energie Atomique) de Valduc, une contamination inférieure à  $1,5 \cdot 10^7$  Bq/m<sup>3</sup> en élément  $\alpha$  et inférieure à 50 g/l en charge saline. On obtient un concentrat contenant la quasi-totalité de l'activité  $\alpha$  et une charge saline de l'ordre de 300 g/l. Ce concentrat est traité et conditionné ultérieurement dans du béton. Cette technique permettait également d'amener les évaporats qui constituent 90% de la phase aqueuse des effluents traités, jusqu'à une activité de 300 à 500 Bq/m<sup>3</sup>, donc bien inférieure à la valeur de rejet autorisée actuellement (1000 Bq/m<sup>3</sup>). Ceci permettait, jusqu'à présent leur rejet dans l'environnement, après

contrôle des éléments toxiques radiologiques et chimiques.

Or, à partir de 1994, les nouvelles normes imposées pour le rejet dans l'environnement des effluents sont beaucoup plus strictes. Ainsi, pour le centre du CEA de Valduc par exemple, tout rejet d'effluents devra présenter une contamination  $\alpha$  au maximum de  $1 \text{ Bq/m}^3$ . Ces effluents devront donc être totalement épurés pour atteindre le rejet "nul" à l'environnement.

La technique d'évaporation actuelle ne permet pas d'atteindre la nouvelle norme de rejet autorisée, car le phénomène d'entraînement de la contamination  $\alpha$  à la vapeur ne peut être supprimé. Ainsi, cette technique n'est pas efficace et conduit à des solutions très faiblement chargées dont l'activité radioactive est comprise entre 200 et  $300 \text{ Bq}\alpha/\text{m}^3$  (inférieure à  $1000 \text{ Bq}\alpha/\text{m}^3$ ).

Il est donc nécessaire de mettre au point un procédé permettant le traitement des évaporats issus de la tour d'évaporation industrielle, afin d'éliminer les dernières traces en éléments émetteurs  $\alpha$ . Par ailleurs, il serait également utile de mettre au point un procédé permettant de traiter les effluents en amont de la tour d'évaporation afin de pouvoir éventuellement remplacer cette tour d'évaporation, tout en obtenant des effluents présentant des activités conformes aux nouvelles normes.

L'extraction des métaux lourds, des actinides et notamment de l'uranium, du plutonium et de l'américium a donné lieu à un grand nombre de recherches. Des dérivés "thiers-couronnes" non solubles dans l'eau et fixés sur de la silice ont été utilisés dans des procédés d'extraction pour extraire notamment le plomb, voir par exemple le brevet US-A-4 943 375. De même, ces

dérivés d'éthers-couronnes ont également été mis en oeuvre dans un procédé d'adsorption sur résine, voir par exemple la demande de brevet EP-A-0 433 175. Ce procédé permet de récupérer une partie du plutonium à  
5 partir de solutions concentrées de produits de fission ou d'effluents des installations de retraitement. Toutefois, un tel procédé ne permet pas d'aboutir aux valeurs des nouvelles normes de rejet actuellement autorisées pour le centre de Valduc.

10 On connaît également d'après l'art antérieur des techniques d'ultrafiltration pour le traitement des effluents. Toutefois, ces techniques permettent de piéger le plutonium ou l'américium mais ne permettent pas de retenir l'uranium. Enfin, les procédés  
15 d'extraction liquide/liquide également connus de l'art antérieur ne sont pas efficaces dans les domaines de pH et de concentrations envisagés.

En conséquence, l'invention a pour but de remédier aux inconvénients précités de la technique antérieure.

20 A cet effet, l'invention concerne un procédé de décontamination partielle  $\alpha$  d'un effluent aqueux contenant au moins un élément polluant choisi parmi le cuivre, le zinc, le tantale, l'or, les actinides ou les lanthanides.

25 Selon les caractéristiques de l'invention, ce procédé consiste à mettre en contact ledit effluent aqueux avec un gel de silice et à séparer ledit effluent aqueux décontaminé et le gel de silice ayant fixé au moins l'un desdits éléments polluants ;  
30 l'effluent à traiter ayant un pH supérieur ou égal à 3.

Ce procédé permet de réaliser une décontamination efficace quoique partielle des éléments polluants précités grâce à l'affinité du gel de silice pour ces éléments. Cette décontamination permet d'éliminer une  
35 grande partie des éléments polluants à l'aide d'une

technique peu coûteuse et facile à mettre en oeuvre. Ultérieurement, un autre procédé de décontamination peut être mis en oeuvre, afin d'éliminer les dernières traces d'éléments polluants.

5 Le procédé selon l'invention permet de traiter des solutions de dissolution de combustibles nucléaires usés, c'est-à-dire des solutions qui comprennent justement des actinides et de nombreux métaux.

10 Le procédé permet de traiter des effluents aqueux issus des installations de retraitement de combustible et des centres nucléaires. Il s'applique plus particulièrement à la récupération des éléments polluants précités dans des effluents de faible activité  $\alpha$ , (c'est-à-dire inférieure à 15 MBq/m<sup>3</sup>), ce  
15 qui correspond à la nature des effluents présents en amont ou en aval de la tour d'évaporation industrielle.

En outre, le procédé permet plus particulièrement d'extraire l'uranium, le plutonium, l'américium, des effluents aqueux précités. Ceci présente un intérêt  
20 pour le traitement des effluents issus de centres nucléaires militaires.

De façon préférentielle, le gel de silice présente une granulométrie comprise entre 35 et 70 mesh, le temps de contact entre l'effluent aqueux et le gel de  
25 silice est de 1 à 30 minutes en mode dynamique et l'effluent à traiter doit être à un pH supérieur à 4,5.

En outre, selon une variante de réalisation du procédé de l'invention, on effectue une deuxième étape consistant à récupérer les éléments polluants extraits  
30 dans le gel de silice par réextraction dans une solution d'acide nitrique, de préférence entre 1 et 5N. Ceci permet d'obtenir le pH inférieur à 3 nécessaire à la libération des éléments polluants hors du gel de silice. Ce gel peut donc être recyclé plusieurs fois.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description et des exemples suivants donnés à titre illustratif et non limitatif. Cette description est faite en faisant référence aux dessins joints, dans lesquels :

- la figure 1 est une courbe illustrant l'évolution du coefficient de partage Kd en fonction du pH pour une solution synthétique de nitrate d'uranyle,
- 10 - les figures 2 et 3 sont des graphiques illustrant respectivement le coefficient de partage Kd et le pourcentage d'uranium élué du gel de silice pour dix cycles de traitement successifs, et
- la figure 4 représente les courbes rendant 15 compte de la variation de la concentration de différents cations, à la sortie d'une colonne de gel de silice, en fonction du volume d'effluent initial écoulé.

Dans tous les essais suivants, on utilise un gel 20 de silice ayant une granulométrie d'environ 35 à 70 mesh, sans traitement préalable et commercialisé sous le nom de marque KIESELGEL 60, par la Société MERCK. Cette granulométrie a permis d'obtenir de bons résultats, toutefois, ces valeurs ne sont pas critiques 25 pour la bonne réalisation du procédé.

**Essai 1 : Détermination du coefficient de partage Kd en fonction du pH pour une solution synthétique de nitrate d'uranyle**

30 Parmi les différentes façons de définir le coefficient de partage Kd, la formule suivante a été choisie :

$$K_d = \frac{\text{(moles de soluté fixées)} / \text{(gramme de gel de silice)}}{\text{(moles de soluté restant)} / \text{(millilitre de solution)}}$$

soit pour un soluté S,  $K_d = \frac{[S_0] - [S]}{[S]} \times \frac{V}{m}$

où  $[S_0]$  = activité du soluté S dans la solution initiale,

$[S]$  = activité du soluté S dans la phase liquide après  
5 contact avec le gel de silice,

V = volume de solution introduit sur le gel de silice (en millilitre),

m = masse de gel de silice introduite (en gramme).

Le coefficient de partage  $K_d$  reflète directement  
10 la capacité du matériau à fixer le métal considéré.

#### Mode opératoire

On introduit dans différentes fioles exactement 0,1 g de gel de silice. Dans chaque fiole, on ajoute  
15 alors 15 ml d'une solution synthétique de nitrate d'uranyle d'une concentration voisine de 1,6 g/l. Chaque solution est ajustée à des valeurs de pH différentes par de la soude 1,0 N. Ensuite, on agite les fioles pendant 3 minutes à température ambiante  
20 (23°C). Dans cet exemple de réalisation, les fioles restent ensuite sans agitation pendant 18 heures, de façon à assurer un temps de contact suffisant entre le gel de silice et la solution synthétique de nitrate d'uranyle pour atteindre le taux maximal de fixation du  
25 métal sur le matériau. Enfin, les solutions sont filtrées de façon à séparer d'une part le gel de silice ayant fixé l'uranium et d'autre part les filtrats. Ceux-ci sont analysés par spectrométrie d'émission à plasma.

30 Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 1 jointe et mentionnés dans le tableau ci-dessous.

pH	3,25	4,00	4,30	4,82	5,12
Kd	8,86	24,21	42,46	52,95	67,54

On constate que le pH de la solution traitée doit être supérieur à 3 pour commencer à obtenir une extraction de l'uranium par le gel de silice. Pour un pH supérieur à 4,5, le coefficient de partage Kd est voisin de 50. Enfin, dans les conditions optimales de pH, c'est-à-dire pour un pH supérieur ou égal à 5, un coefficient de partage de l'ordre de 70 est observé. Ceci est particulièrement avantageux lors de la mise en oeuvre industrielle du procédé puisque les effluents présents en amont de la tour d'évaporation ont un pH généralement supérieur ou voisin de 7 et que les effluents issus de ladite tour ont un pH supérieur à 4,5. Ce procédé peut donc être aisément utilisé après la tour d'évaporation ou en remplacement de celle-ci.

**Essai 2 : Fixation de l'uranium par le gel de silice et élution de ce dernier au moyen d'une solution d'acide nitrique**

On pèse exactement 0,1 g de gel de silice que l'on place dans une fiole et on ajoute 15 ml d'une solution synthétique de nitrate d'uranyle d'une teneur proche de 1,6 g/l et ajustée à un pH de 4,82. La solution est agitée pendant 3 minutes à température ambiante (23°C), puis on abandonne le mélange sans agitation pendant un temps de contact de 18 heures. Ensuite, la solution est filtrée de façon à la séparer du gel. Le filtrat est analysé par spectrométrie d'émission à plasma de façon à en déduire la valeur du Kd du gel de silice.

Selon la deuxième étape du procédé de l'invention, on lave ledit gel de silice à l'eau distillée, on ajoute 5 ml d'une solution d'acide nitrique 2N et on



agite l'ensemble pendant 3 minutes à température ambiante. La solution acide est filtrée puis analysée par spectrométrie d'émission à plasma et les résultats sont reproduits sur la figure 3. Par ailleurs, le gel de silice ayant servi une première fois est isolé, lavé et séché puis placé de nouveau dans une fiole contenant 15 ml d'une solution synthétique de nitrate d'uranyle identique à celle précédemment utilisée, de façon à subir un deuxième cycle de traitement identique à celui qui vient d'être décrit. On réalise ainsi 10 traitements de décontamination successifs.

Les résultats sont illustrés sur les figures 2 et 3.

La figure 2 montre que le coefficient de partage  $K_d$  est relativement constant et est compris entre 50 et 60.

La figure 3 montre que l'acide nitrique 2N permet de réextraire de façon constante dans le temps pratiquement 100% de l'uranium précédemment fixé sur le gel de silice. En conséquence, le gel de silice est régénérable et sa capacité d'extraction reste quasi inchangée même après 10 cycles de mise en service, ce qui le rend tout à fait adapté à un usage industriel.

Des essais ont également été effectués au cours d'un procédé dynamique consistant à placer le gel de silice dans une colonne et à faire percoler, l'effluent à traiter.

- Dispositif expérimental :

Dans tous les essais suivants, on utilise une colonne en verre d'un diamètre de 1,5 cm et d'une hauteur de 30 cm, renfermant 30 g de gel de silice disposé entre un fritté et du polytétrafluoroéthylène (Téflon, marque déposée). L'alimentation de la colonne peut se faire indifféremment par le haut ou par le bas,

par l'intermédiaire de tuyaux calibrés. Lors du procédé de décontamination, l'alimentation en effluent contaminé  $\alpha$  se fait par la base de la colonne, à une vitesse d'environ  $2,8 \cdot 10^{-2} \text{ cm/s}$ , (environ 180 ml/h), ce qui correspond à un temps de séjour de l'effluent à traiter d'environ 18 minutes.

10 **Essai 3 : fixation de l'uranium 238 présent dans un effluent réel provenant d'une tour d'évaporation industrielle**

Dans cet exemple, on traite 15 litres d'un effluent contenant comme élément radioactif uniquement de l'uranium 238 à une concentration de  $0,6 \mu\text{g/l}$ .

15 On fait passer cet effluent à travers la colonne de gel de silice précitée. L'effluent initial et l'effluent obtenu après passage sur le gel de silice sont analysés par spectrométrie de masse à plasma (I.C.P.M.S). La concentration finale en uranium 238 de l'effluent après passage sur le gel de silice est de 20  $0,05 \mu\text{g/l}$ , ce qui permet de constater que pratiquement tout l'uranium présent dans l'effluent initial a été absorbé sur le gel de silice après un seul passage sur la colonne. (Le gel de silice a retenu 91,7% environ de l'uranium initial présent). Cet effluent a donc été 25 partiellement épuré de l'élément émetteur  $\alpha$ . Les techniques de l'art antérieur ne permettent pas une telle épuration de l'uranium.

On notera que la limite de détection de cette technique lors de cet essai est de  $0,02 \mu\text{g/l}$ .

30

**Essai 4 : fixation de l'uranium 238 présent dans une solution synthétique de nitrate d'uranyle**

Dans les deux cas suivants, on traite 2 l d'une solution contenant de l'uranium 238. L'effluent initial 35 et l'effluent traité, obtenu après passage sur le gel

de silice ont été dosés par spectrométrie de masse à plasma (I.C.P.M.S).

Effluent à traiter (U <sup>238</sup> )	180 µg/l	1,3 mg/l
Effluent traité (U <sup>238</sup> )	0,22 µg/l	1 µg/l
Pourcentage d'uranium 238 fixé par le gel de silice	99,8 %	99,9%

5 La limite de détection de cette technique lors de cet essai est de 0,03 µg/l.

**Essai 5 : Saturation d'une colonne remplie de silice par fixation d'une solution d'uranium, de cérium et d'euporium**

10 Dans cet essai, on traite 1,4 l d'un effluent contenant :

- 53 mg/l environ d'uranium,
- 45 mg/l environ de cérium, et
- 15 - 17 mg/l environ d'euporium.

Le cérium et l'euporium permettent de modéliser le comportement du plutonium et l'américium.

On effectue des prélèvements réguliers à la sortie de la colonne de gel de silice et les solutions obtenues ainsi que l'effluent initial sont analysés par spectrométrie d'émission à plasma. Par ailleurs, les cations précédemment fixés sont élués par un volume d'acide nitrique 2N correspondant sensiblement au volume de la colonne. Les résultats sont illustrés sur la figure 4 jointe représentant l'évolution de la concentration des différents cations à la sortie de la colonne, en fonction du volume d'effluent initial

20

25

écoulé. Les résultats sont également donnés dans le tableau ci-dessous.

Volume	Ce	Eu	U
0	0	0	0
50	0	0	0
100	0	0	0
150	5,2	0	0
200	36,6	5,68	0
250	45,56	13,29	0,3
300	44,3	18	2
350	44,5	17,76	14
400	42,1	16,88	18,5
450	43,5	16,34	30,2
500	44	17,16	38,1
550	44,1	17,97	42
600	43,5	16,88	44
650	42,9	17,05	50
700	44	17,3	53
750	44,5	16,4	52
800	44,2	16,9	52,2
900	44,1	17,04	52,6
1000	43,9	17,4	52,9
1100	44	17	52,4
1200	44,5	16,7	51,8
1300	44,4	16,5	51,6
1400	43,8	17,1	51,9

5 On constate que la limite de saturation de la colonne de gel de silice est d'environ 100 ml de solution pour l'euporium et le cérium et de 200 ml pour l'uranium. Le cation éluant le premier est détecté après l'écoulement d'une centaine de millilitres. Ce  
10 volume correspond à la fixation d'environ 15 mg de

cations (uranium, cérium et europium) pour 30 g de gel de silice contenus dans la colonne. L'élution des différents cations fixés par une solution d'acide nitrique, a permis de récupérer près de 100% des métaux et ainsi de régénérer totalement la colonne.

**Essai 6 : fixation du plutonium 239 et de l'américium 241 présents dans un effluent réel provenant d'une tour d'évaporation industrielle**

Dans cet essai, on traite 15 l d'un effluent contenant 62 Bq/m<sup>3</sup> de plutonium 239 et 213 Bq/m<sup>3</sup> d'américium 241. Les effluents avant et après passage sur la colonne de gel de silice sont analysés par comptage  $\alpha$ . L'effluent obtenu contient 4 Bq/m<sup>3</sup> de plutonium et 14 Bq/m<sup>3</sup> d'américium. Le gel de silice retient donc respectivement 93,5% du plutonium et 93,4% d'américium.

On constate que la quasi-totalité des actinides présents dans l'effluent avant le traitement a été fixée sur le gel de silice et que l'effluent après le passage sur la colonne, est partiellement épuré en éléments émetteurs  $\alpha$ .

**Essai 7 : analyse de divers cations présents dans les effluents avant et après le passage sur une colonne de gel de silice**

Une analyse quantitative et qualitative de cations présents en solution avant et après le passage sur une colonne de gel de silice a été effectuée afin de déterminer les différents éléments susceptibles d'être retenus par le gel de silice. Les cations testés étaient les suivants : Na, Mg, Ca, Sr, Ba, Si, Al, Ga, Pb, Hg, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Ta et Au.

Les résultats obtenus sont illustrés sur le tableau 1 ci-après.

**Tableau 1**

Eléments	Na	Mg	Ca	Sr	Ba
Teneur du cation dans la solution mère (mg/l)	400	2	71	0,06	0,7
Teneur du cation dans la solution après passage sur le gel de silice (mg/l)	395	1,8	73	0,06	0,6

Eléments	Si	Al	Ga	Pb	Hg
Teneur du cation dans la solution mère (mg/l)	13	1,12	0,02	0,17	0,03
Teneur du cation dans la solution après passage sur le gel de silice (mg/l)	47	1,09	0,02	0,15	0,03

5

Eléments	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni
Teneur du cation dans la solution mère (mg/l)	0,36	0,05	0,04	4,6	0,06
Teneur du cation dans la solution après passage sur le gel de silice (mg/l)	0,34	0,03	0,04	4,07	0,06

Eléments	Cu	Zn	Cd	Ta	Au
Teneur du cation dans la solution mère (mg/l)	1,16	4,1	0,08	1,8	0,03
Teneur du cation dans la solution après passage sur le gel de silice (mg/l)	1,02	3,65	0,06	0,03	< LD

L.D. : limite de détection proche de 0,01 mg/l.

On constate que seuls certains éléments comme le cuivre, le zinc, le tantale et l'or et dans une moindre mesure le fer, sont piégés par le gel de silice. Par  
 5 contre, les éléments alcalins et alcalino-terreux, toujours présents dans les effluents (et notamment le sodium) ne sont pas piégés par la silice. Ceci permet d'éviter que la colonne ne soit trop rapidement saturée et perde son efficacité.

10

**Essai 8 : essai sur des effluents alcalins fortement chargés en plutonium et en américium**

Dans cet essai, on traite 1/2 litre d'une solution fortement chargée contenant 19 840 kBq/m<sup>3</sup> de plutonium  
 15 239 et 750 kBq/m<sup>3</sup> d'américium 241. L'effluent initial et l'effluent obtenu après passage sur le gel de silice sont analysés par comptage  $\alpha$ . L'effluent traité présente une concentration de 2477 kBq/m<sup>3</sup> de plutonium 239 et de 87 kBq/m<sup>3</sup> d'américium 241. Le facteur  
 20 d'appauvrissement est de 8 pour le plutonium et de 8,6 pour l'américium.

En outre, une analyse qualitative et quantitative des cations présents dans l'effluent initial et dans  
 25 l'effluent obtenu après traitement sur le gel de silice a été réalisée. L'analyse a été effectuée par torche à plasma. Les résultats sont illustrés dans le tableau 2.

**Tableau 2**

Cations	Teneur en cations dans l'effluent à traiter	Teneur en cations dans l'effluent traité
Na	≈ 50000	≈ 50000
Mg	1	1
Ca	2	2

Al	1	1
Si	20	36
Mn	3	3
Fe	380	290
Cd	17	17

Ceci montre la bonne sélectivité du gel de silice qui ne retient pas les cations précités.



## REVENDEICATIONS

1. Procédé de décontamination partielle  $\alpha$  d'un effluent aqueux contenant au moins un élément polluant  
5 choisi parmi le cuivre, le zinc, le tantale, l'or, les actinides ou les lanthanides, caractérisé en ce qu'il consiste à mettre en contact ledit effluent aqueux avec un gel de silice et à séparer ledit effluent contaminé et le gel de silice ayant fixé au moins l'un desdits  
10 éléments polluants ; l'effluent à traiter ayant un pH supérieur ou égal à 3.

2. Procédé de décontamination selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'effluent à traiter est à un pH supérieur à 4,5.

15 3. Procédé de décontamination selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gel de silice utilisé présente une granulométrie comprise entre 35 et 70 mesh.

4. Procédé de décontamination selon la  
20 revendication 1, caractérisé en ce que l'effluent aqueux traverse le gel de silice placé dans une colonne et en ce que le temps de séjour de l'effluent dans la colonne est d'au moins 1 minute.

5. Procédé de décontamination selon la  
25 revendication 4, caractérisé en ce que le temps de séjour est compris entre 1 et 30 minutes environ.

6. Procédé de décontamination selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on récupère les éléments polluants extraits dans le gel de silice par  
30 réextraction dans une solution d'acide nitrique.

7. Procédé de décontamination selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on utilise une solution d'acide nitrique comprise entre 1 et 5N.

8. Procédé de décontamination selon l'une  
35 quelconque des revendications précédentes, caractérisé

en ce que l'effluent aqueux traité est un effluent dont l'activité  $\alpha$  est inférieure à 15 MBq/m<sup>3</sup>.

9. Procédé de décontamination selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il permet de  
5 fixer sur le gel de silice du plutonium, de l'uranium ou de l'américium.

1/2

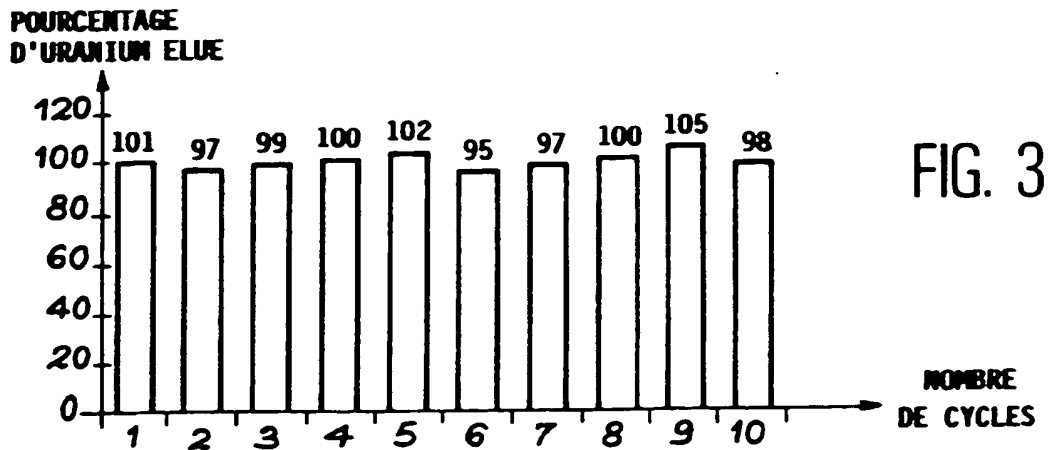
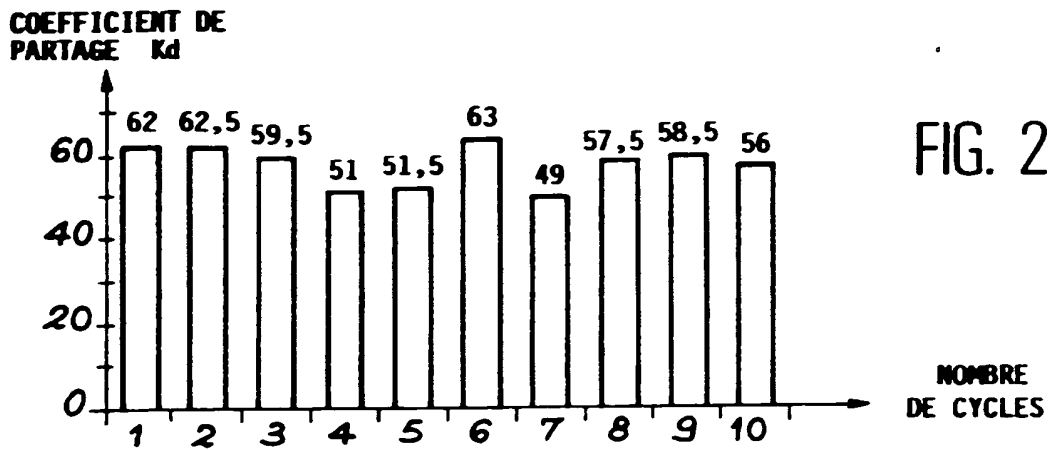
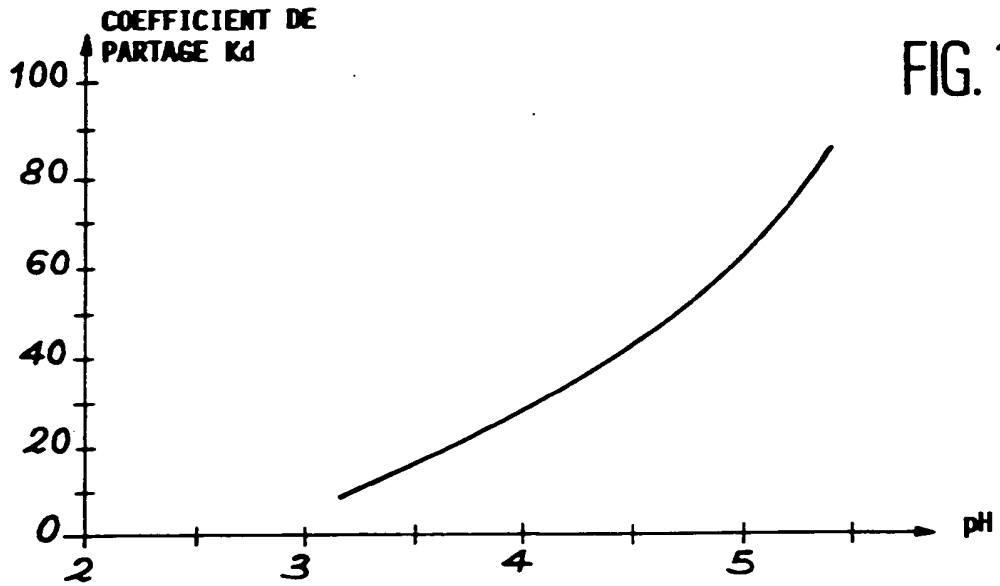
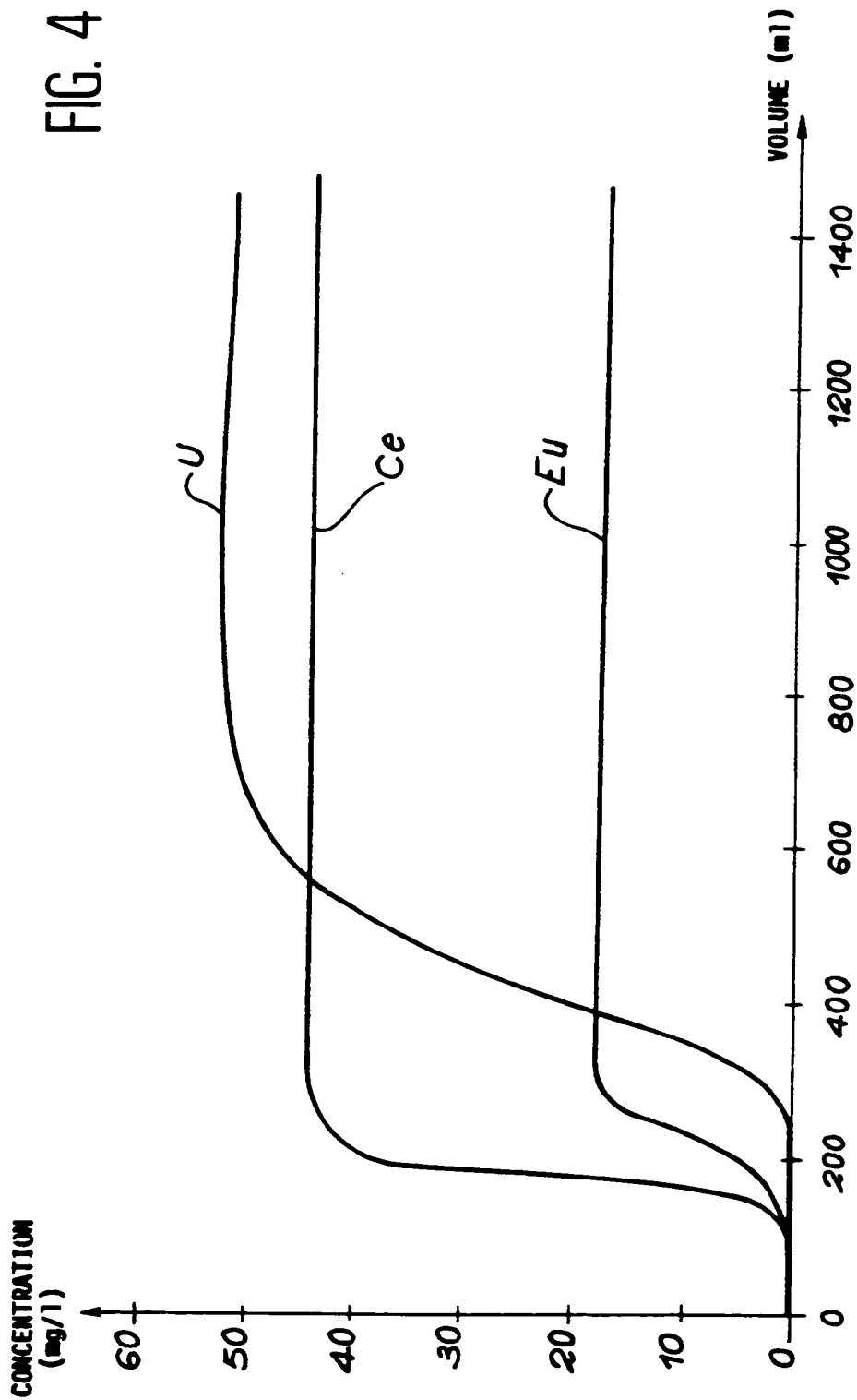


FIG. 4



REPUBLIQUE FRANÇAISE

2725552

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 506429  
FR 9411903

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	INT. J. APPL. RADIAT. ISOTOPES., vol. 30, no. 3, Mars 1979 UK, pages 191-193, HAFEZ ET AL. 'ADSORPTION OF RADIOACTIVE ELEMENTS ON SILICA GEL AND ITS USE FOR DETERMINATION OF GROSS ACTIVITY IN URINE.' * le document en entier *	1,4,6,9
Y	US-A-4 283 370 (PUTRAI) * abrégé; revendications 1,2; exemples 1,2 *	1,4,6,9
A	US-A-4 501 691 (TANAKA) * abrégé; revendication; exemple *	1-9
A	US-A-4 687 581 (MACEDO) * abrégé; revendications 1-6; figure *	1-9
A	DATABASE WPI Week 8742 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 87-294286 'COLLECTING VALUABLE COMPONENTS FROM SOLN. BY PASSING THROUGH ADSORBENT LAYER OF SOLID PACKED IN VESSEL' & JP-A-62 204 806 (SUMIMOTO) , 9 Septembre 1987 * abrégé *	
A	GB-A-1 097 137 (AKTIEBOLAGET ATOMENERGI) * revendications 1,3,4,6 *	1-9

DOMAINES TECHNIQUES  
RECHERCHES (Int.CL.6)

G21F  
C22B

1

EPO FORM 1500 (03.82) (P04C13)

Date d'achèvement de la recherche

23 Juin 1995

Examinateur

Nicolas, H

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul  
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un  
autre document de la même catégorie  
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication  
ou arrière-plan technologique général  
O : divulgation non-écrite  
P : document interchangeable

T : théorie ou principe à la base de l'invention  
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure  
à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date  
de dépôt ou qu'à une date postérieure.  
D : cité dans la demande  
L : cité pour d'autres raisons  
& : membre de la même famille, document correspondant

